

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-343528

(P2001-343528A)

(43) 公開日 平成13年12月14日 (2001. 12. 14)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
G 0 2 B 5/30		G 0 2 B 5/30	
C 0 8 J 5/18	C E P	C 0 8 J 5/18	C E P
C 0 8 K 7/16		C 0 8 K 7/16	
C 0 8 L 1/10		C 0 8 L 1/10	
G 0 2 F 1/1335	5 1 0	G 0 2 F 1/1335	5 1 0

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-42628(P2001-42628)

(22) 出願日 平成13年2月20日 (2001. 2. 20)

(31) 優先権主張番号 特願2000-96234(P2000-96234)

(32) 優先日 平成12年3月31日 (2000. 3. 31)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 辻本 忠宏

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真

フイルム株式会社内

(74) 代理人 100085109

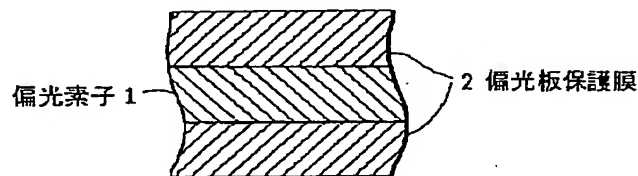
弁理士 田中 政浩

(54) 【発明の名称】 偏光板保護膜

(57) 【要約】

【課題】 液晶表示装置等に用いられる偏光板において、偏光性能を低下させることなく、かつ、偏光素子と偏光板保護膜との接着性を良好にし、また、生産性も向上させることができるようにした偏光板保護膜を提供する。

【解決手段】 偏光板は、偏光素子1の両面に偏光板保護膜2が接着剤で貼り合わされて構成されている。偏光板保護膜2は、透湿率が $3 \sim 10 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ 、 25°C 、 $60\% \text{ RH}$ の平行含水率が $0.01 \sim 1.5\%$ で、セルロースエステルを 80% 以上、疎水性可塑剤を $1 \sim 20\%$ 、劣化防止剤を $0.001 \sim 5\%$ 含んでいる。



(2)

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 偏光素子の少なくとも一方の面に接着される偏光板保護膜において、透湿率が $3 \sim 1.0 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ であることを特徴とする偏光板保護膜。

【請求項2】 25°C 、 $60\% \text{ RH}$ の平衡含水率が $0.01 \sim 1.5\%$ である請求項1に記載の偏光板保護膜。

【請求項3】 疎水性可塑剤を $1 \sim 20\%$ 含む請求項1又は2に記載の偏光板保護膜。

【請求項4】 劣化防止剤を $0.001 \sim 5\%$ 含む請求項1、2又は3に記載の偏光板保護膜。

【請求項5】 セルロースエステルを 80% 以上含む請求項1、2、3又は4に記載の偏光板保護膜。

【請求項6】 前記セルロースエステルが、酢化度が $58 \sim 62.5\%$ のセルロースアセテートである請求項5記載の偏光板保護膜。

【請求項7】 セルロースアシレート溶液からなるものであって、溶媒が酢酸メチル、ケトン類及びアルコールからなり、その溶媒比率が酢酸メチルが $20 \sim 90$ 質量%、ケトン類が $5 \sim 60$ 質量%、アルコールが $5 \sim 30$ 質量%であるドープを用いて製膜された請求項1、2、3又は4記載の偏光板保護膜。

【請求項8】 セルロースアシレート溶液からなり、かつ、少なくとも一種の紫外線吸収剤をセルロースアシレートに対して $0.001 \sim 5$ 質量%含有したドープを用いて製膜された請求項1、2、3、4又は7記載の偏光板保護膜。

【請求項9】 セルロースアシレート溶液からなり、かつ、少なくとも一種の微粒子粉体をセルロースアシレートに対して $0.001 \sim 5$ 質量%含有したドープを用いて製膜された請求項1、2、3、4、7又は8記載の偏光板保護膜。

【請求項10】 セルロースアシレート溶液からなり、かつ、少なくとも一種の離型剤をセルロースアシレートに対して $0.001 \sim 2$ 質量%含有したドープを用いて製膜された請求項1、2、3、4、7、8又は9記載の偏光板保護膜。

【請求項11】 セルロースアシレート溶液からなり、かつ、少なくとも一種のフッ素系界面活性剤をセルロースアシレートに対して $0.002 \sim 2$ 質量%含有したドープを用いて製膜された請求項1、2、3、4、7、8、9又は10記載の偏光板保護膜。

【請求項12】 請求項1、2、3、4、5、6、7、8、9、10又は11記載の偏光板保護膜を用いることを特徴とする偏光板。

【請求項13】 請求項12記載の偏光板を用いることを特徴とする液晶表示装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、液晶表示装置等に用いられる偏光板の偏光板保護膜に関するものである。

2

【0002】

【従来の技術】 液晶表示装置等に用いられる偏光板は、図1に示すように、偏光素子1と、その両面(又は片面)に設けられた偏光板保護膜2とで構成されており、これら偏光素子1と偏光板保護膜2とは接着剤で接着されている。そして、一般に、偏光素子1としては、ポリビニルアルコール系フィルム等にヨウ素や二色性染料を吸着させたものが用いられ、偏光板保護膜2としては、セルロースエステル系フィルム、ポリカーボネート系フィルム、アクリル系フィルム、ポリエステル系フィルム、ポリオレフィン系フィルム、ノルボルネン系フィルム等が用いられている。

【0003】 このような偏光板において、偏光板保護膜2の透湿率が大きいと、耐湿熱性が劣化し、偏光素子1において多ヨウ素イオンの解離、ヨウ素脱離などがおこり、偏光性能が低下するものであった。そこで、従来、耐湿熱性の劣化を防止する技術が提案されており、例えば、特開昭59-159109号公報には、透湿度が $10 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ 以下の高分子化合物膜を偏光板保護膜とする方法が提案されており、特開平8-5386号公報には、透湿度が 80°C 、 $90\% \text{ RH}$ で $200 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr} \cdot 100 \mu\text{m}$ 以下の保護フィルムを保護膜に貼り合わせた偏光板が提案されている。

【0004】 また、特開平8-171016号公報には、セルローストリアセテートフィルムからなる保護膜のヘイズ値が上昇しないような偏光板の製造方法が提案されており、特開平5-119216号公報には、偏光性薄層に亀裂が生じないようにした偏光板の製造法が提案されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、偏光板保護膜の透湿率が大きいと、上述したように偏光性能が低下するものであったが、透湿率が小さすぎても問題が発生するものであった。すなわち、偏光素子の両面又は片面に偏光板保護膜を接着した際、接着剤の乾燥が遅れることにより接着不良が発生するものであった。

【0006】 以上のように、偏光板保護膜の透湿率は大き過ぎると耐湿熱性が悪く偏光性能が低下し、小さ過ぎると接着性が悪くなるものであった。

【0007】 本発明は、以上の問題点を解決し、偏光板保護膜の透湿率を適切な領域に制御することにより、偏光性能を低下させることなく、かつ、偏光素子と偏光板保護膜との接着性を良好にし、また、生産性も向上させることができるようにした偏光板保護膜を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、以上の問題点を解決するために、偏光板保護膜の透湿性について鋭意検討し、製品として許容できる範囲の偏光性能と接着性との両方を満足させることができる透湿率の範囲を見

(3)

3

出し、本発明を完成させたものである。

【0009】すなわち、本発明による偏光板保護膜は、透湿率が $3 \sim 10 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ であることを特徴として構成されている。

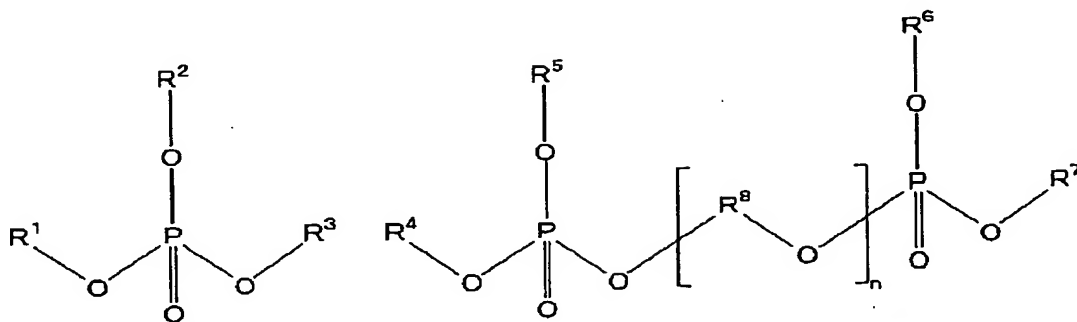
【0010】本発明の偏光板保護膜においては、透湿率を $3 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ 以上とすることにより、接着剤の水分が適度に透過して乾燥が促進されるので接着性を良好にし、また、透湿率を $10 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ 以内とすることにより、高温多湿の環境下におかれても偏光素子まで水分が透過するのを抑制し良好な偏光性能を維持している。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明の偏光板保護膜は、透湿率が $3 \sim 10 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ であり、好ましくは $4 \sim 8 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ である。透湿率が $3 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ 未満であると、接着性が悪く最悪の場合は剥がれることがあり、また生産性が低下する。また、透湿率が *

(I a)

(I b)



【0015】式 (I a) および (I b) において、 $R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, R^6$ および R^7 は、それぞれ、アルキル基（シクロアルキル基を含む）、アリール基またはアラルキル基である。角基は置換基を有していてもよい。アルキル基の炭素原子数は1乃至12であることが好ましい。アルキル基の例としては、メチル、エチル、ブチル、シクロヘキシルおよびオクチルを挙げることができる。アリール基の例としてはフェニルを挙げることができる。アラルキル基の例としてはベンジルを挙げることができる。上記置換基の例としては、アルキル基（例：メチル）、アリール基（例：フェニル）、アルコキシ基（例：メトキシ、ブトキシ）およびアリールオキシ基（例：フェノキシ）を挙げることができる。式 (I b) において、 R^8 は、アルキレン基、アリレン基、スルホニル基およびそれらの組み合わせから選ばれる2価の連結基である。 n は1以上の整数であり、1乃至10であることが好ましい。

【0016】リン酸エステル系可塑剤の例には、トリフェニルフォスフェート、ビスフェニルジフェニルフォスフェート、トリクレジルホスフェート、オクチルジフェニルホスフェート、トリエチルホスフェートおよびトリブチルホスフェートが含まれる。また、カルボン酸エステ

4

* $10 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ を超えると、偏光素子の耐湿熱性を劣化させ最適な偏光性能を維持することができない。

【0012】偏光板保護膜の透湿率を上述した範囲に調整するには、偏光板保護膜の厚み、疎水性添加剤の種類及びその添加量等によって調整する。偏光板保護膜の厚みは、 $20 \sim 200 \mu\text{m}$ が好ましく、 $40 \sim 150 \mu\text{m}$ がより好ましい。厚みが $20 \mu\text{m}$ 未満であると透湿率が $10 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ 以下に調整することが困難になり、厚みが $150 \mu\text{m}$ を超えると透湿率が $3 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ 以上に調整することが困難になる。

【0013】疎水性可塑剤としては、リン酸エステル系可塑剤が代表的である。代表的なリン酸エステル系可塑剤を下記式 (I a) および (I b) で示す。

【0014】

【化1】

ル系可塑剤が利用される場合もある。カルボン酸エステル系可塑剤の例には、ジメチルフタレート、ジエチルフタレート、ジブチルフタレート、ジオクチルフタレート、ジエチルヘキシルフタレート、ジメトキシエチルフタレート、グリセロールトリアセテート、ブチルフタリルブチルグリコレート、エチルフタリルエチルグリコレート、メチルフタリルエチルグリコレートおよびトリアセチンが含まれる。またクエン酸エステルとしては、クエン酸アセチルトリエチル (OACTE)、クエン酸トリブチル (OACTB) 等が、その他のカルボン酸エステルの例としては、オレイン酸ブチル (BO)、リノール酸メチルアセチル (MAL)、セバチン酸ジブチル (DBS)、種々のトリメリット酸エステル等がある。その他の低分子可塑剤の例としては、 o -または p -トルエンエチルスルホンアミドを挙げることができる。

【0017】また、トリメリット酸やピロメリット酸のエステルを、リン酸エステル系可塑剤と併用してもよい。トリメリット酸やピロメリット酸のエステルは、リン酸エステル系可塑剤のブリードアウトを防止する作用がある。これらの酸のエステルについては、特開平5-5047号公報に記載がある。

【0018】疎水性可塑剤の添加量としては、1～20

(4)

5

%であることが好ましく、5～15%であることがより好ましい。添加量が1%未満であると透湿率を効果的に小さくすることができず、また、添加量が20%を超えると透湿率が小さくなり過ぎる恐れがある。

【0019】偏光板保護膜における25℃、60%RHの平衡含水率が、0.01～1.5%であることが好ましく、0.2～1.2%であることがより好ましい。平衡含水率が0.01%未満であると、脆性が増し、裁断や打ち抜き時に破砕片が発生したり、積層した偏光板が剥離して品質の低下や生産性の低下を引き起こす。又、静電気による帯電圧が上昇することにより工程中での異物を吸着しやすくなったり、シートのハンドリング性が損なわれることがある。

【0020】また、平衡含水率が1.5%を超えると、偏光板の偏光素子の偏光性能を妨げることがあり、特にヨウ素吸収型偏光素子の場合にはヨウ素の脱色による偏光度の低下が問題となる。さらに、寸度変化により液晶表示板の表示にムラを生ずることがある。

【0021】偏光板保護膜としては、セルロースエステル、アクリル、ポリエステル、ポリカーボネート等のフィルムを用いることができ、セルロースエステルを80%以上含むフィルムで形成されることが好ましい。

【0022】セルロースエステルとしては、セルローストリアセテート、セルローストリアセテートブチレート、セルローストリアセテートプロピオネート等がある。これらの中で、酢化度が58～62.5%であるセルロースアセテートが好ましい。酢化度が58%未満であると、水分の含有率が多くなり、寸度が変化する易く、偏光素子の偏光度を低下させる。また、酢化度が62.5%を超えると、溶剤に対する溶解性が低下し生産性が下がる。

【0023】セルロースアセテートには、セルローストリアセテート(TAC)やセルロースジアセテート(DAC)が含まれる。

【0024】本発明の偏光板保護膜にはセルロースアシレートが好適に用いられる。セルロースアシレートの詳細について、以下に記載する。好ましいセルロースアシレートは、セルロースの水酸基への置換度が下記式①～④の全てを満足するものである。

$$\textcircled{1} \quad 2.6 \leq A + B \leq 3.0$$

$$\textcircled{2} \quad 2.0 \leq A \leq 3.0$$

$$\textcircled{3} \quad 0 \leq B \leq 0.8$$

$$\textcircled{4} \quad 1.9 < A - B$$

【0025】ここで、式中A及びBはセルロースの水酸基に置換されているアシル基の置換基を表し、Aはアセチル基の置換度、またBは炭素原子数3～5のアシル基の置換度である。セルロースには1グルコース単位に3個の水酸基があり、上記の数字はその水酸基3.0に対する置換度を表すもので、最大の置換度が3.0である。セルローストリアセテートは一般にAの置換度が

6

2.6以上3.0以下であり(この場合、置換されなかった水酸基が最大0.4もある)、B=0の場合がセルローストリアセテートである。本発明の溶液製膜方法のドープに用いるセルロースアシレートは、アシル基が全部アセチル基のセルローストリアセテート、及びアセチル基が2.0以上で、炭素原子数が3～5のアシル基が0.8以下、置換されなかった水酸基が0.4以下のものが好ましく、置換度2.6～3.0のセルローストリアセテートが特に好ましい。なお、置換度は、セルロースの水酸基に置換する酢酸及び炭素原子数3～5の脂肪酸の結合度を測定し、計算によって得られる。測定方法としては、ASTMのD-817-91に準じて実施することが出来る。

【0026】アセチル基の他の炭素原子数3～5のアシル基はプロピオニル基(C_2H_5CO-)、ブチリル基(C_3H_7CO-) (n-, iso-)、バレリル基(C_4H_9CO-) (n-, iso-, sec-, tert-)で、これらのうちn-置換のものがフィルムにした時の機械的強さ、溶解し易さ等から好ましく、特にn-プロピオニル基が好ましい。また、アセチル基の置換度が低いと機械的強さ、耐湿熱性が低下する。炭素原子数3～5のアシル基の置換度が高いと有機溶媒への溶解性は向上するが、それぞれの置換度が前記の範囲であれば良好な物性を示す。

【0027】セルロースアシレートの重合度(粘度平均)は200～700が好ましく、特に250～550のものが好ましい。粘度平均重合度(DP)は、オストワルド粘度計で求めることができ、測定されたセルロースアシレートの固有粘度 $[\eta]$ から下記式により求められる。

$$DP = [\eta] / K_m \text{ (式中、} K_m \text{は定数} 6 \times 10^{-4} \text{)}$$

【0028】セルロースアシレート原料のセルロースとしては、綿花リンターや木材パルプなどがあるが、何れの原料セルロースから得られるセルロースアシレートでも使用でき、また、これらを混合して使用してもよい。

【0029】セルロースアシレートを溶解する有機溶媒の例には、炭化水素(例：ベンゼン、トルエン)、ハロゲン化炭化水素(例：メチレンクロライド、クロロベンゼン)、アルコール(例：メタノール、エタノール、ジエチレングリコール)、ケトン(例：アセトン)、エステル(例：酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル)及びエーテル(例：テトラヒドロフラン、メチルセロソルブ)などがあげられる。

【0030】炭素原子数1～7のハロゲン化炭化水素が好ましく用いられ、メチレンクロライドが最も好ましく用いられる。セルロースアシレートの溶解性、支持体からの剥ぎ取り性、フィルムの機械強度等、光学特性等の物性の観点から、メチレンクロライドの他に炭素原子数1～5のアルコールを一種、ないし数種類混合することが好ましい。アルコールの含有量は、溶媒全体に対し2

(5)

7

～25質量%が好ましく、5～20質量%がより好ましい。アルコールの具体例としては、メタノール、エタノール、*n*-プロパノール、イソプロパノール、*n*-ブタノール等があげられるが、メタノール、エタノール、*n*-ブタノール、あるいはこれらの混合物が好ましく用いられる。

【0031】また、酢酸メチル、ケトン類及びアルコールからなり、その溶媒比率が酢酸メチルが20～90質量%、ケトン類が5～60質量%、アルコールが5～30質量%である溶媒を用いることが好ましい。

【0032】最近、環境に対する影響を最小限に抑えるため、メチレンクロライドを用いない溶媒組成も提案されている。この目的に対しては、炭素原子数が3～12のエーテル、炭素原子数が3～12のケトン、炭素原子数が3～12のエステルが好ましく、これらを適宜混合して用いる。これらのエーテル、ケトン及びエステルは、環状構造を有していてもよい。エーテル、ケトン及びエステルの官能基（すなわち、 $-O-$ 、 $-CO-$ 及び $-COO-$ ）のいずれかを二つ以上有する化合物も、有機溶媒として用いることができる。有機溶媒は、アルコール性水酸基のような他の官能基を有していてもよい。二種類以上の官能基を有する有機溶媒の場合、その炭素原子数は、いずれかの官能基を有する化合物の規定範囲内であればよい。

【0033】炭素原子数が3～12のエーテル類の例には、ジイソプロピルエーテル、ジメトキシメタン、ジメトキシエタン、1, 4-ジオキサン、1, 3-ジオキソラン、テトラヒドロフラン、アニソール及びフェネトールがあげられる。炭素原子数が3～12のケトン類の例には、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロペンタノン、シクロヘキサノン及びメチルシクロヘキサノンがあげられる。炭素原子数が3～12のエステル類の例には、エチルホルメート、プロピルホルメート、ペンチルホルメート、メチルアセテート、エチルアセテート及びペンチルアセテートがあげられる。二種類以上の官能基を有する有機溶媒の例には、2-エトキシエチルアセテート、2-メトキシエタノール及び2-ブトキシエタノールがあげられる。

【0034】本発明の偏光板保護膜に用いるドーブには、各調製工程において用途に応じた種々の添加剤（例えば、紫外線吸収剤、劣化防止剤、微粒子粉体、離型剤、光学特性調整剤、フッ素系界面活性剤）を加えることができる。またその添加する時期はドーブ作製工程において何れでも添加しても良いが、ドーブ調製工程の最後の調製工程に添加剤を添加し調製する工程を加えて行ってもよい。

【0035】前記紫外線吸収剤は、目的に応じ任意の種類のもので選択することができ、サリチル酸エステル系、ベンゾフェノン系、ベンゾトリアゾール系、ベンゾ

8

エート系、シアノアクリレート系、ニッケル錯塩系等の吸収剤を用いることができるが、ベンゾフェノン系、ベンゾトリアゾール系、サリチル酸エステル系が好ましい。ベンゾフェノン系紫外線吸収剤の例として、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-アセトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-*n*-オクトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-ドデシルオキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-(2-ヒドロキシ-3-メタクリロキシ)プロポキシベンゾフェノン等をあげることができる。ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤としては、2(2'-ヒドロキシ-3'-tert-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロルベンゾトリアゾール、2(2'-ヒドロキシ-5'-tert-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジtert-アミルフェニル)ベンゾトリアゾール、2(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジtert-ブチルフェニル)-5-クロルベンゾトリアゾール、2(2'-ヒドロキシ-5'-tert-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール等をあげることができる。サリチル酸エステル系としては、フェニルサリシレート、*p*-オクチルフェニルサリシレート、*p*-tert-ブチルフェニルサリシレート等をあげることができる。これら例示した紫外線吸収剤の中でも、特に2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-メトキシベンゾフェノン、2(2'-ヒドロキシ-3'-tert-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロルベンゾトリアゾール、2(2'-ヒドロキシ-5'-tert-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジtert-アミルフェニル)ベンゾトリアゾール、2(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジtert-ブチルフェニル)-5-クロルベンゾトリアゾールが特に好ましい。

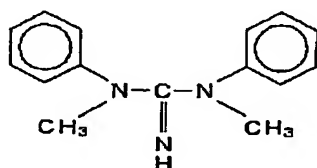
【0036】紫外線吸収剤は、吸収波長の異なる複数の吸収剤を複合して用いることが、広い波長範囲で高い遮断効果を得ることができるので好ましい。液晶用紫外線吸収剤は、液晶の劣化防止の観点から、波長370nm以下の紫外線の吸収能に優れ、かつ、液晶表示性の観点から、波長400nm以上の可視光の吸収が少ないものが好ましい。例えば、オキシベンゾフェノン系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物、サリチル酸エステル系化合物、ベンゾフェノン系化合物、シアノアクリレート系化合物、ニッケル錯塩系化合物などが挙げられる。特に好ましい紫外線吸収剤は、ベンゾトリアゾール系化合物やベンゾフェノン系化合物である。中でも、ベンゾトリアゾール系化合物は、セルロースエステルに対する不要な着色が少ないことから、好ましい。

9

【0037】また、紫外線吸収剤については、特開昭60-235852号、特開平3-199201号、同5-1907073号、同5-194789号、同5-271471号、同6-107854号、同6-118233号、同6-148430号、同7-11056号、同7-11055号、同7-11056号、同8-29619号、同8-239509号、特開2000-204173号の各公報に記載がある。

【0038】紫外線吸収剤の添加量は、セルロースアシレートに対し0.001～5質量%が好ましく、0.01～1質量%がより好ましい。添加量が0.001質量%未満では添加効果を十分に発揮することができず、添加量が5質量%を超えると、フィルム表面へ紫外線吸収剤がブリードアウトする場合がある。

【0039】また、紫外線吸収剤はセルロースアシレート溶解時に同時に添加しても良いし、溶解後のドープに添加しても良い。特にスタティックミキサ等を用い、流



【0043】劣化防止剤の添加量は、0.001～5%が好ましく、0.01～1%がより好ましい。添加量が0.001%未満であると添加効果が少なく、添加量が5%を超えると、原料コストが上昇して不利である。

【0044】前記微粒子粉体としては、シリカ、カオリン、タルク、ケイソウ土、石英、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、酸化チタン、アルミナなどを目的に応じ、任意に用いることができる。これら微粒子粉体はドープに添加する前に、高速ミキサー、ボールミル、アトライター、超音波分散機等、任意の手段でバインダー溶液中に分散を行うことが好ましい。バインダーとしてはセルロースアシレートが好ましい。紫外線吸収剤等、他の添加物と共に分散を行うことも好ましい。分散溶媒は任意であるが、ドープ溶媒と近い組成であることが好ましい。

【0045】微粒子粉体の数平均粒径は0.01～100μmが好ましく、0.1～10μmが特に好ましい。上記の分散液はセルロースアシレート溶解工程に同時に添加しても良いし、任意の工程でドープに添加できるが、紫外線吸収剤同様スタティックミキサ等を用い、流

延直前に添加する形態が好ましい。

【0046】微粒子粉体の含有量は、セルロースアシレートに対して0.001～5質量%であることが好ましく、0.01～1質量%であることがより好ましい。添加量が0.001質量%未満では添加効果を十分に発揮することができず、添加量が5質量%を超えると、外観

(6)

10

* 延直前にドープに紫外線吸収剤溶液を添加する形態が、分光吸収特性を容易に調整することができ、好ましい。

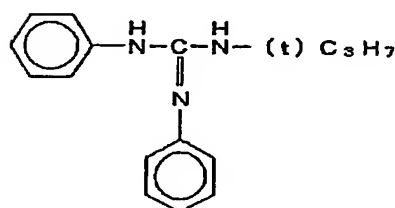
【0040】前記劣化防止剤は、セルローストリアセート等が劣化、分解するのを防止することができる。劣化防止剤としては、ブチルアミン、ヒンダードアミン化合物（特開平8-325537号公報）、グアニジン化合物（特開平5-271471号公報）、ベンゾトリアゾール系UV吸収剤（特開平6-235819号公報）、ベンゾフェノン系UV吸収剤（特開平6-118233号公報）などの化合物がある。

【0041】このうち、ヒンダードアミン化合物の例としては、t-ブチルアミン、トリフェニルアミン、トリベンジルアミン等がある。また、グアニジン誘導体として、下記式(2a)、(2b)で示される化合物等がある。

【0042】

【化2】

(2b)



面状が悪くなる場合がある。

【0047】前記離型剤としては、界面活性剤が有効であり、リン酸系、スルホン酸系、カルボン酸系、ノニオン系、カチオン系など特に限定されない。これらは、例えば特開昭61-243837号などに記載されている。離型剤の添加量は、セルロースアシレートに対して0.001～2質量%が好ましく、0.01～1質量%がより好ましい。添加量が0.001質量%未満であれば添加効果を十分に発揮することができず、添加量が2質量%を超えると、析出したり、不溶解物を生じたりすることがある。

【0048】ノニオン系界面活性剤としては、ポリオキシエチレン、ポリオキシプロピレン、ポリオキシブチレン、ポリグリシジルやソルビタンをノニオン性親水性基とする界面活性剤であり、具体的には、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン-ポリオキシプロピレングリコール、多価アルコール脂肪酸部分エステル、ポリオキシエチレン多価アルコール脂肪酸部分エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、脂肪酸ジエタノールアミド、トリエタノールアミン脂肪酸部分エステルを挙げることができる。

【0049】アニオン系界面活性剤としてはカルボン酸塩、硫酸塩、スルホン酸塩、リン酸エステル塩であ

(7)

11

り、代表的なものとしては脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、ジアルキルスルフォコハク酸塩、 α -スルホン化脂肪酸塩、N-メチル-Nオレイルタウリン、石油スルホン酸塩、アルキル硫酸塩、硫酸化油脂、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩、ナフタレンスルホン酸塩ホルムアルデヒド縮合物などである。

【0050】カチオン系界面活性剤としてはアミン塩、4級アンモニウム塩、ピリジウム塩などを挙げることができ、第一〜第3脂肪アミン塩、第4級アンモニウム塩（テトラアルキルアンモニウム塩、トリアルキルベンジルアンモニウム塩、アルキルピリジウム塩、アルキルイミダゾリウム塩など）を挙げることが出来る。両性系界面活性剤としてはカルボキシベタイン、スルフォベタインなどであり、N-トリアルキル-N-カルボキシメチルアンモニウムベタイン、N-トリアルキル-N-スルフォアルキレンアンモニウムベタインなどである。

【0051】前記フッ素系界面活性剤を添加することにより、帯電防止効果を発揮することができる。フッ素系界面活性剤の添加量は、セルロースアシレートに対して0.002〜2質量%が好ましく、0.01〜0.5質量%がより好ましい。添加量が0.002質量%未満であれば添加効果を十分に発揮することができず、添加量が2質量%を超えると、析出したり、不溶解物を生じたりすることがある。

【0052】本発明においては、レターデーション上昇剤（光学特性調整剤）を添加することができる。レターデーション上昇剤を添加することにより、光学異方性をコントロールすることができる。レターデーション上昇剤は、セルロースアシレートフィルム（フィルム）のレターデーションを調整するため、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を使用することが好ましい。芳香族化合物は、セルロースアシレート100質量部に対して、0.01〜20質量部の範囲で使用する。芳香族化合物は、セルロースアセレート100質量部に対して、0.05〜15質量部の範囲で使用する。0.1〜10質量部の範囲で使用する。二種類以上の芳香族化合物を併用してもよい。芳香族化合物の芳香族環には、芳香族炭化水素環に加えて、芳香族性ヘテロ環を含む。

【0053】芳香族炭化水素環は、6員環（すなわち、ベンゼン環）であることが特に好ましい。芳香族性ヘテロ環は一般に、不飽和ヘテロ環である。芳香族性ヘテロ環は、5員環、6員環または7員環であることが好ましく、5員環または6員環であることがさらに好ましい。

12

芳香族性ヘテロ環は一般に、最多の二重結合を有する。ヘテロ原子としては、窒素原子、酸素原子および硫黄原子が好ましく、窒素原子が特に好ましい。芳香族性ヘテロ環の例には、フラン環、チオフェン環、ピロール環、オキサゾール環、イソオキサゾール環、チアゾール環、イソチアゾール環、イミダゾール環、ピラゾール環、フラザン環、トリアゾール環、ピラン環、ピリジン環、ピリダジン環、ピリミジン環、ピラジン環および1, 3, 5-トリアジン環が含まれる。

【0054】本発明においては、着色剤を添加することができる。着色剤を添加することにより、感光材料支持体等に用いる場合、ライトパイピングを防止することができる。着色剤の添加量は、セルロースアシレートに対する重量割合で10〜1000ppmが好ましく、50〜500ppmが更に好ましい。

【0055】また、本発明におけるドーブには、ルシウム、マグネシウムなどのアルカリ土類金属の塩などの熱安定剤、帯電防止剤、難燃剤、滑剤、油剤などを、必要に応じて適宜添加することができる。

【0056】本発明の偏光板保護膜の光学特性について記す。まず、フィルムの面内のレターデーション（Re）について記すと、その測定法はエリブソメーター

（偏光解析計AEP-100：島津製作所（株）製）を用いて、波長632.8nmにおける面内の縦横の屈折率差にフィルム膜厚さを乗じたものであり、下記の式で求められる。

$$Re = (n_x - n_y) \times d$$

n_x ：横方向の屈折率

n_y ：縦方向の屈折率

【0057】レターデーション（Re）は、小さいほど面内方向の光学異方性がないことを示し、0〜300nmの範囲で用途に応じて用いられる。又、フィルムの厚さ方向のレターデーション（Rth）も重要であり、波長632.8nmにおける厚さ方向の複屈折にフィルム膜厚さを乗じたものであり、下記の式で求められる。

$$Rth = \{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \} \times d$$

n_x ：横方向の屈折率

n_y ：縦方向の屈折率

n_z ：厚さ方向の屈折率

【0058】厚さ方向の屈折率が小さいほど、厚さ方向の光学異方性がないことを示すが、その使用用途によって好ましい範囲は定まる。一般には、本発明により製造されたセルロースアシレートフィルムのRthは100 μ m当たり、0nm〜600nmであり、さらには0nm〜400nmで用いられる。

【0059】本発明による偏光板保護膜は、各種フィルムとしても利用することができ、例えば、光学補償シート、AR、LR、AG膜用支持体フィルム等の光学用途フィルム、写真感光材料用支持体フィルムとしても利用することができる。

13

【0060】本発明を光学補償シートに利用する場合、フィルムそのものを光学補償シートとして用いることができる。なお、フィルムそのものを光学補償シートとして用いる場合は、偏光板の透過軸と、光学補償シートの遅相軸とを実質的に平行または垂直になるように配置することが好ましい。このような偏光板と光学補償シートとの配置については、特開平10-48420号公報に記載がある。液晶表示装置は、二枚の電極基板の間に液晶を担持してなる液晶セル、その両側に配置された二枚の偏光板、および該液晶セルと該偏光板との間に少なくとも一枚の光学補償シートを配置した構成を有している。

【0061】液晶セルの液晶層は、通常は、二枚の基板の間にスペーサーを挟み込んで形成した空間に液晶を封入して形成する。透明電極層は、導電性物質を含む透明な膜として基板上に形成する。液晶セルには、さらにガスバリアー層、ハードコート層あるいは（透明電極層の接着に用いる）アンダーコート層（下塗り層）を設けてもよい。これらの層は、通常、基板上に設けられる。液晶セルの基板は、一般に50 μ m～2mmの厚さを有する。

【0062】光学補償シートは複屈折性を有し、液晶表示装置の表示画面の着色を取り除いたり、視野角特性を改善したりする目的で用いられる。本発明によるセルロースアシレートフィルムそのものを、光学補償シートとして用いることができる。さらに反射防止層、防眩性層、 $\lambda/4$ 層や2軸延伸セルロースアシレートフィルムとして機能を付与してもよい。また、液晶表示装置の視野角を改良するため、本技術のセルロースアシレートフィルムと、それとは（正/負の関係が）逆の複屈折を示すフィルムを重ねて光学補償シートとして用いてもよい。

【0063】また、支持体の上に液晶性化合物（特にディスコティック液晶性分子）を含む光学的異方性層を設けた光学補償シートも提案されている（特開平3-9325号、同6-148429号、同8-50206号、同9-26572号の各公報記載）。本発明をそのような光学補償シートの支持体としても用いることができる。

【0064】前記偏光板の偏光素子には、ヨウ素系偏光膜、二色性染料を用いる染料系偏光膜やポリエチン系偏光膜がある。いずれの偏光素子も、一般にポリビニルアルコール系フィルムを用いて製造する。偏光板の保護膜は、25～350 μ mの厚さを有することが好ましく、40～200 μ mの厚さを有することがさらに好ましい。液晶表示装置には、表面処理膜を設けてもよい。表面処理膜の機能には、ハードコート、防曇処理、防眩処理および反射防止処理が含まれる。

【0065】偏光素子と偏光板保護膜とを接着する接着剤としては、ポリビニルアルコール系接着剤、アクリル

(8)

14

樹脂系接着剤、エポキシ系樹脂接着剤、イソシアネート系接着剤等がある。

【0066】前記光学的異方性層は、負の一軸性を有し傾斜配向したディスコティック液晶性分子を含む層であることが好ましい。ディスコティック液晶性分子を含む層が、円盤面と支持体面とのなす角が光学的異方性層の深さ方向において変化したハイブリッド配向していても構わないし、円盤面が支持体面と平行なホメオトロピック配向、円盤面が支持体面と垂直なホモジニアス配向、または、円盤面が光学的異方性層の深さ方向でねじれているツイスト配向を取っていても構わない。また、これらの配向が混在した配向（例えば、ハイブリッド配向+ツイスト配向）していても構わない。そのなかでもハイブリッド配向していることが好ましい。ディスコティック液晶性分子ひとつひとつの光軸は、円盤面の法線方向に存在する。しかし、ディスコティック液晶性分子がハイブリッド配向している層全体としては、光軸は存在しない。

【0067】本発明は、様々な表示モードの液晶セルに用いることができる。TN (Twisted Nematic)、IPS (In-Plane Switching)、FLC (Ferroelectric Liquid Crystal)、AFLC (Antiferroelectric Liquid Crystal)、OCB (Optically Compensatory Bend)、STN (Super Twisted Nematic)、VA (Vertically Aligned) およびHAN (Hybrid Aligned Nematic) のような様々な表示モードが提案されている。また、上記表示モードを配向分割した表示モードも提案されている。セルロースアシレートフィルムは、いずれの表示モードの液晶表示装置においても有効である。また、透過型、反射型、半透過型のいずれの液晶表示装置においても有効である。

【0068】本発明をTNモードの液晶セルを有するTN型液晶表示装置の光学補償シートの支持体として用いてもよい。TNモードの液晶セルとTN型液晶表示装置については、古くから良く知られている。TN型液晶表示装置に用いる光学補償シートについては、特開平3-9325号、同6-148429号、同8-50206号、同9-26572号の各公報に記載がある。また、モリ (Mori) 他の論文 (Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 36 (1997) p. 143や、Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 36 (1997) p. 1068) に記載がある。TN型液晶表示装置については、特開平10-123478号、WO948320号、特許第3022477号の各公報に記載がある。

【0069】本発明をSTNモードの液晶セルを有するSTN型液晶表示装置の光学補償シートの支持体として

(9)

15

用いてもよい。一般的にSTN型液晶表示装置では、液晶セル中の棒状液晶性分子が90°～360°度の範囲にねじられており、棒状液晶性分子の屈折率異方性(Δn)とセルギャップ(d)との積($\Delta n d$)が300～1500nmの範囲にある。STN型液晶表示装置に用いる光学補償シートについては、特開2000-105316号公報に記載がある。

【0070】本発明はVAモードの液晶セルを有するVA型液晶表示装置の光学補償シートの支持体として用いてもよい。VA型液晶表示装置に用いる光学補償シートには、レターデーションの絶対値が最小となる方向が光学補償シートの面内にも法線方向にも存在しないことが好ましい。VA型液晶表示装置に用いる光学補償シートの光学的性質は、光学的異方性層の光学的性質、支持体の光学的性質および光学的異方性層と支持体との配置により決定される。VA型液晶表示装置に光学補償シートを二枚使用する場合は、光学補償シートの面内レターデーションを、-5nm～5nmの範囲内にすることが好ましい。従って、二枚の光学補償シートのそれぞれの面内レターデーションの絶対値は、0～5とすることが好ましい。VA型液晶表示装置に光学補償シートを一枚使用する場合、光学補償シートの面内レターデーションを、-10nm～10nmの範囲内にすることが好ましい。

【0071】本発明はOCBモードの液晶セルを有するOCB型液晶表示装置あるいはHANモードの液晶セルを有するHAN型液晶表示装置の光学補償シートの支持体として用いてもよい。OCB型液晶表示装置あるいはHAN型液晶表示装置に用いる光学補償シートには、レターデーションの絶対値が最小となる方向が光学補償シートの面内にも法線方向にも存在しないことが好ましい。OCB型液晶表示装置あるいはHAN型液晶表示装置に用いる光学補償シートの光学的性質も、光学的異方性層の光学的性質、支持体の光学的性質および光学的異方性層と支持体との配置により決定される。OCB型液晶表示装置あるいはHAN型液晶表示装置に用いる光学補償シートについては、特開平9-197397号公報

16

に記載がある。また、モリ(Mori)他の論文(Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 38 (1999) p. 2837)に記載がある。

【0072】本発明はASM(Axially Symmetric Aligned Microcell)モードの液晶セルを有するASM型液晶表示装置の光学補償シートの支持体として用いてもよい。ASMモードの液晶セルは、セルの厚さが位置調整可能な樹脂スペーサーにより維持されているとの特徴がある。その他の性質は、TNモードの液晶セルと同様である。ASMモードの液晶セルとASM型液晶表示装置については、クメ(Kume)外の論文(Kume et al., SID 98 Digest 1089 (1998))に記載がある。

【0073】

【実施例】[実施例1～23、比較例1～25]

<偏光板保護膜の作製方法>セルローストリアセテート(酢化度:59.5%)からなる偏光板保護膜は、表1に示す処方により調製したドープをろ過し、このドープを鏡面のステンレスベルト上に流延製膜し、さらに乾燥後剥ぎ取り120℃で1時間乾燥して作製した。なお、酢酸メチルを含むドープはセルローストリアセテート及び可塑剤(トリフェニルフォスフェート、ビフェニルジフェニルフォスフェート)と混合後-70℃まで冷却したのち加熱処理し、溶解したドープを同様にろ過、流延製膜、乾燥して作製した。

【0074】また、Arton、ポリカーボネート、ポリエーテルスルホンからなる偏光板保護膜は、塩化メチレンで溶解したのち、ろ過し、同様に流延製膜して保護膜としたものである。

【0075】以上のようなフィルムの膜厚を変更して(20 μ m、40 μ m、80 μ m、120 μ m)透湿率を調整し、実施例1～23及び比較例1～25とした。実施例及び比較例を表1及び表2に示す。

【0076】

【表1】

(10)

17

18

(重量%)

	処方1	処方2	処方3	処方4	処方5	処方6	処方7	処方8	処方9
TAC	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00
トリフェニル フォスフェート	3.00	1.50	0.75	2.00	1.00	0.50	2.00	1.00	0.50
ビスフェニルジフェニル フォスフェート	0.00	0.00	0.00	1.00	0.50	0.25	1.00	0.50	0.25
塩化メチレン	75.40	76.80	77.50	75.40	76.80	77.50	0.00	0.00	0.00
メタノール	6.60	6.70	6.75	6.60	6.70	6.75	0.00	0.00	0.00
エタノール	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	12.30	12.53	12.64
n-ブタノール	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	4.10	4.18	4.21
酢酸メチル	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	65.60	66.80	67.40
トリブチルアミン (対固形分比率%)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.10	0.20	0.50
製膜厚さ (μm)	20	比較例1	比較例3	比較例5	比較例6	比較例8	比較例10	比較例11	比較例13
	40	実施例1	実施例3	実施例5	実施例8	実施例10	実施例12	実施例15	実施例17
	80	実施例2	実施例4	実施例6	実施例9	実施例11	実施例13	実施例16	実施例18
	120	比較例2	比較例4	実施例7	比較例7	比較例9	実施例14	比較例12	比較例14

【0077】

* * 【表2】

サンプルフィルム	フィルム厚さ (μm)			
	20	40	80	120
Art on	実施例22	比較例17	比較例20	比較例23
ポリカーボネート	実施例23	比較例18	比較例21	比較例24
ポリエーテルスルホン	比較例16	比較例19	比較例22	比較例25

【0078】＜偏光板の作製＞延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光素子を作製し、この偏光素子の両面に、上記偏光板保護膜をポリビニルアルコール系接着剤により貼合し、偏光板を作製した。

※【0079】以上の実施例1～23及び比較例1～25の25℃、60%RHの平衡含水率並びに偏光性及び接着性の評価結果を表3及び表4に示す。

【0080】

※ 【表3】

番 号		透 湿 率 ($\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{hr}$)	含 水 率	偏 光 性	接 着 性	
実	1	6.8	0.8	△	○	
	2	3.8	0.8	○	○	
	3	7.5	0.8	○	○	
	4	4.2	0.8	○	○	
	5	8.1	0.8	△	○	
	6	4.5	0.8	○	○	
	7	3.5	1.2	○	○	
	8	7.2	1.2	△	○	
	9	3.6	1.2	○	○	
	10	8.2	1.2	○	○	
施	11	4.1	1.2	○	○	
	12	9.1	1.2	△	○	
	13	4.9	1.2	○	○	
	14	3.3	0.9	○	○	
	15	7.5	0.9	△	○	
	16	3.8	0.9	○	○	
	17	8.5	0.9	△	○	
	18	4.2	0.9	○	○	
	例	19	9.5	0.9	△	○
		20	5.6	0.9	○	○
21		3.1	0.9	○	○	
22		3.1	0.2	○	○	
23		3.2	0.2	○	○	

【0081】

【表4】

BEST AVAILABLE COPY

(11)

19

20

番 号	透 湿 率 ($\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{hr}$)	含 水 率	偏 光 性	接 着 性	
比 較	1	12.5	0.8	×	○
	2	2.2	0.8	○	×
	3	15.2	0.8	×	○
	4	2.6	0.8	○	×
	5	16.4	0.8	×	○
	6	13.1	1.2	×	○
	7	2.3	1.2	○	×
	8	16.5	1.2	×	○
	9	2.7	1.2	○	×
	10	18.2	1.2	×	○
例	11	13.2	0.9	×	○
	12	2.4	0.9	○	×
	13	16.8	0.9	×	○
	14	2.6	0.9	○	×
	15	17.7	0.9	×	○
	16	100 以上	0.4	×	○
	17	1.5	0.2	○	×
	18	1.6	0.2	○	×
	19	100 以上	0.4	×	○
	20	0.7	0.2	○	×
	21	0.8	0.2	○	×
	22	95	0.4	×	○
	23	0.9	0.2	○	×
	24	1	0.2	○	×
	25	62	0.4	×	○

【0082】＜平衡含水率の測定方法＞サンプルフィルムをメチレンクロライドで溶解し、カールフィッシャー法により滴定定量した。

【0083】＜偏光性の評価方法及び評価＞偏光板について分光光度計により可視領域における並行透過率（ Y_p ）、直交透過率（ Y_c ）を求め次式に基づいて偏光度 P を決定する。

【0084】

【数1】

$$P = \sqrt{(Y_p - Y_c) / (Y_p + Y_c)}$$

【0085】偏光板サンプルを60℃、90%RHの雰囲気下で500時間暴露した後、偏光度を測定した。

○：偏光度が99.7%以上。

△：偏光度が99.6～99.2%。

×：偏光度が99.2%未満。

【0086】＜密着性の評価方法及び評価＞偏光板サンプルを60℃で24時間乾燥後、偏光板保護膜を剥離試験により剥がした。

○：剥がれが生じなかった。

×：剥がれが生じた。

【0087】また、偏光板保護膜をセルローストリアセテートフィルムで作製したすべての偏光板サンプルを、*

* 80℃、90%RHの雰囲気下で500時間暴露した。その結果、セルローストリアセテートフィルムのうち処方1～6で作製した偏光板保護膜を使って作製した偏光板では酢酸臭が確認された。このことからこれらのサンプルでは加水分解によりセルローストリアセテートフィルム自身が劣化、分解していると考えられる。

【0088】しかし、処方7～9のドープで作製した偏光板保護膜を使った偏光板では酢酸臭は認められず、外觀上の変化も認められなかった。このことから処方7～9で添加したブチルアミンはセルローストリアセテートフィルムの耐湿熱性を向上させることが判明した。

【0089】〔実施例24〕

＜セルローストリアセテート溶液の作製＞攪拌羽根を有するステンレス性溶解タンクに、下記の溶媒混合溶液によく攪拌しつつ、セルローストリアセテート粉体（平均サイズ2mm）を徐々に添加し、仕込んだ。添加後、室温（25℃）にて3時間、25℃にて放置し、セルローストリアセテートを膨潤させた。なお、溶媒である酢酸メチルとシクロペンタノン、アセトン、メタノール及びエタノールは、すべてその含水率が0.2質量%以下のものを利用した。

【0090】

セルローストリアセテート

16質量部

（置換度2.83、粘度平均重合度320、含水率0.4質量%、メチレンクロライド溶液中6質量%の粘度305mPa・s）

酢酸メチル

53質量部

シクロペンタン

10質量部

アセトン

5質量部

メタノール

5質量部

(12)

21	22
エタノール	5 質量部
可塑剤 A (ジペンタエリスリトールヘキサアセテート)	3 質量部
可塑剤 B (トリフェニルフォスフェート)	3 質量部
微粒子粉体 (シリカ (粒径 20 nm))	0.1 質量部
紫外線吸収剤 a	0.1 質量部
(2, 4-ビス-(n-オクチルチオ)-6-(4-ヒドロキシ-3, 5-ジ-tert-ブチルアニリノ)-1, 3, 5-トリアジン)	
紫外線吸収剤 b	0.1 質量部
(2(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール)	10
紫外線吸収剤 c	0.1 質量部
(2(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-アミルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール)	
$C_{12}H_{25}OCH_2CH_2O-P(=O)-(OK)_2$	0.05 質量部

【0091】なお、後述する冷却溶解法で得られたこの溶液の粘度は $160 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (45°C) であった。

【0092】<セルローストリアセテート溶液の冷却溶解> 上述したセルローストリアセテート溶液をスクリー一押し出し機で送液して、 -70°C で3分間となるように冷却部分を通過させた。冷却は冷凍機で冷却した -80°C の冷媒 (3M社製、『フロリナート』) を用いて実施した。そして、冷却により得られた溶液は、静止型混合器を設置した熱交換器により 120°C まで温度を上昇させ、3分間保持した後冷却し 50°C としてステンレス製の容器に移送し、 50°C で2時間攪拌し脱泡を行った。このように調製したセルローストリアセテート溶液を、絶対濾過精度 0.01 mm の濾紙 (東洋濾紙 (株) 製、『#63』) で濾過し、さらに、絶対濾過精度 0.0025 mm の濾紙 (ポール社製、『FH 025』) にて濾過した。

【0093】<セルローストリアセテートフィルムの作製> 上述した溶解法で得られたセルローストリアセテート溶液を 50°C にし、流延ギザーを通して鏡面ステンレスの流延支持体上に流延した。流延支持体温度は 10°C であり、流延スピードは 40 m/分 で、その塗布幅は 100 cm とした。乾燥は 120°C の乾燥風を送風した。2分後に鏡面ステンレスの流延支持体から剥ぎ取り、その後、 110°C 、10分、さらに 150°C で30分乾燥して、セルローストリアセテートフィルム (膜厚 $40 \mu\text{m}$) を得た。このセルローストリアセテートフィルムの透湿率は、 $9.5 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ hr}$ 、含水率は 1.2% であった。

【0094】<偏光板 a の作製> 延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光素子を作製し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、上記セルローストリアセテートフィルムを、その遅相軸が偏光膜 *

* の透過軸と平行になるように両側に貼り付けた。

【0095】<偏光性の評価> 偏光板 a を 80°C 、 90 RH の雰囲気下で 500 時間暴露し、上述した方法で偏光度を測定した。偏光度は 99.6% 以上であり、十分な耐久性が認められた。

20 【0096】<偏光板 b の作製> 延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光素子を作製し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、上記セルローストリアセテートフィルムを、その遅相軸が偏光膜の透過軸と平行になるように片側に貼り付けるとともに、上記セルローストリアセテートフィルムにケン化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。さらに、光学補償シート (富士写真フイルム (株) 製、『WV フィルム』) をセルローストリアセテートフィルム側に、その遅相軸が互

30 いに平行になるように粘着剤を用いて貼り付け、光学補償シートを貼合した偏光板を作製した。

【0097】<液晶表示装置での評価> 上記偏光板 a 及び偏光板 b を TFT (薄膜トランジスタ) 方式の液晶表示装置に実装した。その結果、良好な視野角およびコントラストを得ることができた。

【0098】【実施例 25】

<内層用セルローストリアセテート溶液の作製> 攪拌羽根を有するステンレス性溶解タンクに、下記の溶媒混合溶液によく攪拌しつつ、セルローストリアセテート粉体 (平均サイズ 2 mm) を徐々に添加して仕込んだ。添加後、室温 (25°C) にて3時間放置し、セルローストリアセテートを膨潤させた。なお、溶媒である酢酸メチルとシクロペンタノン、アセトン、メタノール及びエタノールは、すべてその含水率が 0.2 質量%以下のものを利用した。

【0099】

セルローストリアセテート	16 質量部
(置換度 2.83、粘度平均重合度 320、含水率 0.4 質量%、メチレンクロライド溶液中 6 質量%の粘度 $305 \text{ mPa} \cdot \text{s}$)	
酢酸メチル	53 質量部

(13)

23	24
シクロペンタン	10質量部
アセトン	5質量部
メタノール	5質量部
エタノール	5質量部
可塑剤A (ジペンタエリスリトールヘキサアセテート)	3質量部
可塑剤B (トリフェニルフォスフェート)	3質量部
微粒子粉体 (シリカ (粒径20nm))	0.1質量部
紫外線吸収剤a	0.1質量部
(2, 4-ビス-(n-オクチルチオ)-6-(4-ヒドロキシ-3, 5-ジ-tert-ブチルアニリノ)-1, 3, 5-トリアジン)	
紫外線吸収剤b	0.1質量部
(2(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)-5-クロルベンゾトリアゾール)	
紫外線吸収剤c	0.1質量部
(2(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-アミルフェニル)-5-クロルベンゾトリアゾール	
$C_{12}H_{25}OCH_2CH_2O-P(=O)-(OK)_2$	0.05質量部

【0100】なお、冷却溶解法で得られたこの溶液の粘度は60Pa・S(45℃)であった。

【0101】<セルローストリアセテート溶液の冷却溶解>上述したセルローストリアセテート溶液をスクリー
ー押し出し機で送液して、-70℃で3分間となるように冷却部分を通過させた。冷却は冷凍機で冷却した-80℃の冷媒(3M社製、『フロリナート』)を用いて実施した。そして、冷却により得られた溶液は静止型混合器を設置した熱交換器により120℃まで温度を上昇させ、3分間保持した後、冷却し50℃としてステンレス製の容器に移送し、50℃で2時間攪拌し脱泡を行った。このセルローストリアセテート溶液を絶対濾過精度0.01mmの濾紙(東洋濾紙(株)製、『#63』)で濾過し、さらに、絶対濾過精度0.0025mmの濾紙(ボール社製、『FH025』)で濾過した。

【0102】<外層用セルローストリアセテート溶液の調整>上述した内層用セルローストリアセテート溶液において、セルローストリアセテートを13質量部、酢酸メチルを56質量部に変更した他は、同様に仕込んだ。なお、冷却溶解法で得られたこの溶液の粘度は25Pa・S(45℃)であった。

【0103】<セルローストリアセテート溶液の冷却溶解>上述したセルローストリアセテート溶液をスクリー
ー押し出し機で送液して、-70℃で3分間となるように冷却部分を通過させた。冷却は冷凍機で冷却した-80℃の冷媒(3M社製、『フロリナート』)を用いて実施した。そして、冷却により得られた溶液は静止型混合器を設置した熱交換器により120℃まで温度を上昇させ、3分間保持した後、冷却し50℃としてステンレス製の容器に移送し、50℃で2時間攪拌し脱泡を行った。このセルローストリアセテート溶液を絶対濾過精度0.01mmの濾紙(東洋濾紙(株)製、『#63』)で濾過し、さらに、絶対濾過精度0.0025mmの濾

紙(ボール社製、『FH025』)で濾過した。

【0104】<セルローストリアセテートフィルムの作製>上述したセルローストリアセテート溶液を三層共流延ダイを用い、内層用セルローストリアセテート溶液が内側に、外層用セルローストリアセテート溶液が両外側になるように配置して、金属ならなる流延支持体上に同時に吐出させて重層流延した後、流延膜を流延支持体から剥ぎ取り、乾燥して三層構造のセルローストリアセテートフィルム積層体(内層の厚さ:80μm、各表面層の厚さ:2μm)を作製した。

【0105】流延支持体から剥ぎ取ったフィルムは、テングターにより搬送しつつ乾燥させ、100℃で3分、130℃で5分乾燥させた後、150℃で10分で段階的に乾燥させて溶剤を蒸発させてセルローストリアセテートフィルムを得た。このセルローストリアセテートフィルムの透湿度は、6.8g/m²・24hr、含水率は1.1%であった。

【0106】<偏光板cの作製>延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光素子を作製し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、上記セルローストリアセテートフィルムを、その遅相軸が偏光素子の透過軸と平行になるように両側に貼り付けた。

【0107】<偏光性の評価>偏光板cを80℃、90RHの雰囲気下で500時間暴露し、上述した方法で偏光度を測定した。偏光度は99.6%以上であり、十分な耐久性が認められた。

【0108】<偏光板dの作製>延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光素子を作製し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、上記セルローストリアセテートフィルムを、その遅相軸が偏光素子の透過軸と平行になるように片側に貼り付けるとともに、上記セルローストリアセテートフィルムにケン化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏

(14)

25

光素子の反対側に貼り付けた。さらに、光学補償シート（富士写真フイルム（株）製、『WVフイルム』）をセルローストリアセテートフィルム側に、その遅相軸が互いに平行になるように粘着剤を用いて貼り付け、光学補償シートを貼合した偏光板を作製した。

【0109】＜液晶表示装置での評価＞上記偏光板c及び偏光板dをTFT（薄膜トランジスター）方式の液晶表示装置に実装した。その結果、良好な視野角およびコントラストを得ることができた。

【0110】

10

26

【発明の効果】本発明は、透湿率を適当な範囲に調整することにより、耐湿熱性の劣化を防止して偏光性能を良好に維持するとともに、偏光素子と偏光板保護膜との接着性を良好にすることができる。

【図面の簡単な説明】

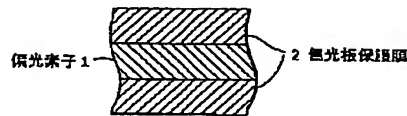
【図1】 偏光板の構造を示す部分断面図である。

【符号の説明】

1…偏光素子

2…偏光板保護膜

【図1】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷

// C08L 1:10

識別記号

FI

C08L 1:10

テマコート* (参考)